

Ćw. 5 Oznaczanie węglowodorów lekkich w powietrzu atmosferycznym

Chromatografia jest metodą rozdzielania mieszanin substancji ciekłych i gazowych w oparciu o ich podział między dwie fazy: stacjonarną i ruchomą. Przygotowanie teoretyczne obejmuje rozdziały: *Wstęp do chromatografii* oraz *Chromatografia gazowa* w „Metodach instrumentalnych w analizie chemicznej” Walentego Szczepaniaka.

Celem ćwiczenia jest oznaczenie lekkich węglowodorów (benzen i toluen) w powietrzu atmosferycznym/laboratoryjnym przy użyciu chromatografu gazowego z detektorem FID.

Odczynniki i aparatura:

- węgiel aktywny do chromatografii gazowej 0,3-0,5 mm,
- dwusiarczek węgla cz.d.a.,
- benzen (roztwór wzorcowy: 50 μ l benzenu w 10 ml CS₂),
- toluen (roztwór wzorcowy: 50 μ l toluenu w 10 ml CS₂),
- Zestaw do pobierania próby powietrza składający się z: pompy, rotametry, rurek szklanych,
- Chromatograf gazowy HP5890 z detektorem FID,
- Mikrostrzykawki o pojemności 10 μ l.
- Zamykane fiolki o pojemności 2 ml.

Wykonanie oznaczenia:

W celu oznaczenia lekkich węglowodorów w powietrzu atmosferycznym należy przeprowadzić ich sorpcję na węglu aktywnym (przez kolumnkę zawierającą 0,05g węgla aktywnego przepuszcza się powietrze z prędkością 50l/h przez 60min.).

Następnie przez rurkę sorpcyjną przepuścić 0,6ml CS₂. Ekstrakt zebrać do zamykanej fiolki o pojemności 2 ml. Podobnie ekstrahować rurkę ze ślepej próby.

Wykonać chromatogramy:

- roztworów wzorcowych zawierających benzen i toluen (dozujemy **0,5 μ l**),
- ślepej próbki (dozujemy **1 μ l**),
- badanej próbki (dozujemy **1 μ l**)
- badanej próbki z dodatkiem **1 μ l** wzorcowego roztworu zawierającego 50 μ l/10ml benzenu w CS₂ i 50 μ l/10ml toluenu w CS₂ (dozujemy po **1 μ l**).

Opracowanie wyników

Zmierzyć wysokości pików benzenu i toluenu.

1. Wykonać obliczenia według następującego schematu:

- Benzen

- Wysokość piku benzenu w ślepej próbie oznaczyć B_1 ,
- Wysokości piku benzenu w próbce oznaczyć B_2 ,
- Wysokości piku benzenu w ekstrakcie z dodanym wzorcem oznaczyć B'_2 ,
- Ilość benzenu w ekstrakcie X_B ;

$$X_B = \frac{(B_2 - B_1) \cdot 4,395}{(B'_2 - B_2)} [\mu g]$$

4,395 μg benzenu – ilość benzenu dodana do próbki jako wzorzec wewnętrzny (1 μl roztworu wzorcowego).

Obliczyć ilość benzenu w powietrzu (Z_B) w ppb z następującego wzoru:

$$Z_B = 286,7 \cdot \frac{X_B}{V_p} [ppb]$$

gdzie: X_B – ilość benzenu w ekstrakcie wyrażona w [μg],

V_p – ilość pobranego powietrza w [l].

- Toluen

- Postępować identycznie jak w przypadku benzenu.
- Wysokość piku toluenu w ślepej próbie oznaczyć T_1 .
- Wysokości piku toluenu w próbce oznaczyć T_2 ,
- Wysokości piku toluenu w ekstrakcie z dodanym wzorcem oznaczyć T'_2 ,
- Ilość toluenu w ekstrakcie X_T ;

$$X_T = \frac{(T_2 - T_1) \cdot 4,185}{(T'_2 - T_2)} [\mu g]$$

4,185 μg toluenu – ilość toluenu dodana do próbki jako wzorzec wewnętrzny (1 μl roztworu wzorcowego).

Obliczyć ilość toluenu w powietrzu (Z_T) w ppb z następującego wzoru:

$$Z_T = 243,1 \cdot \frac{X_T}{V_p} [ppb]$$

gdzie: X_T – zawartość toluenu w ekstrakcie w [μg],

V_p – ilość pobranego powietrza w [l].

2. Przeliczyć stężenia benzenu i toluenu na warunki normalne:

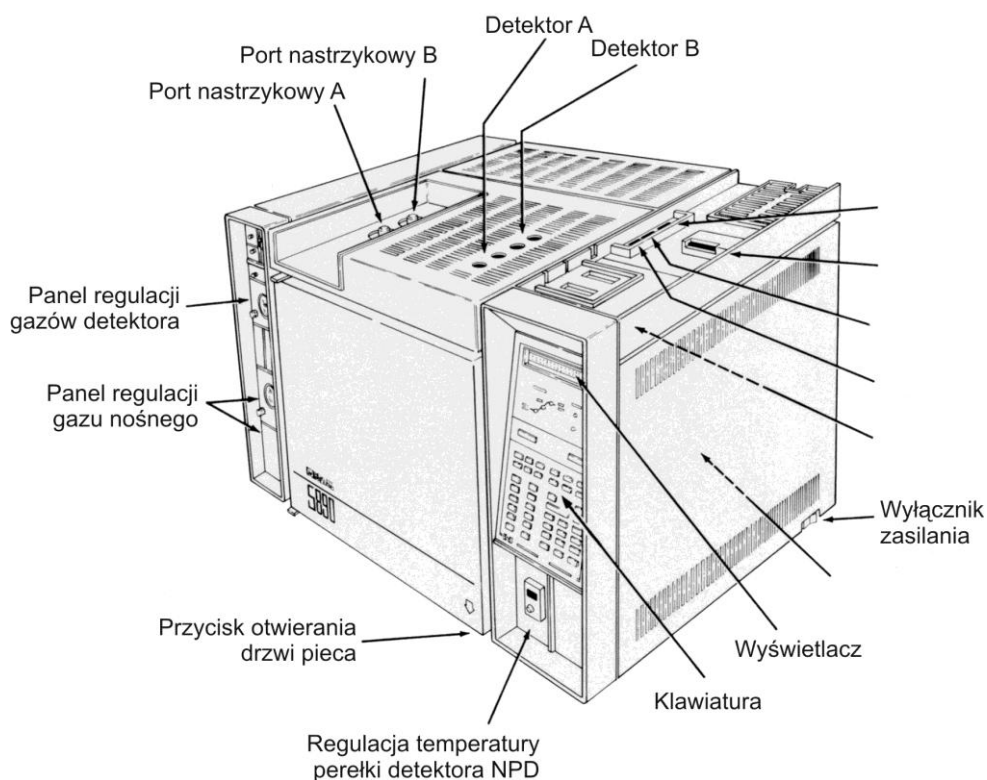
$$Z_{B/T} = 0,359 \cdot Z_{B/T} \cdot \frac{p_1}{T_1}$$



UWAGA Chromatograf gazowy i gaz nośny uruchamia prowadzący ćwiczenia asystent.

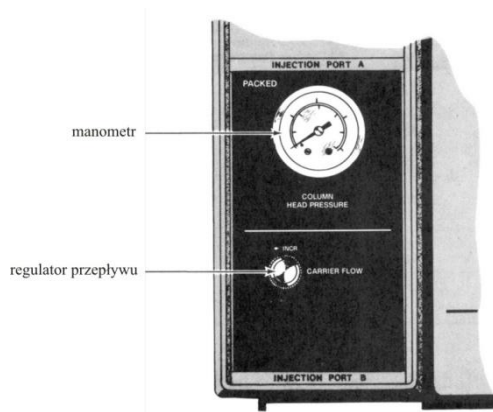
Włączenie chromatografu gazowego HP5890A

Przycisk zasilania aparatu znajduje się z prawej strony aparatu na dole bocznej ścianki. Chromatograf gazowy HP5890 jest aparatem dwukanałowym. Patrząc na aparat od góry kanał „A” znajduje się bliżej osoby obsługującej. Na poniższym rysunku (rys. 1) przedstawiono poszczególne sekcje aparatu z podziałem na kanały.



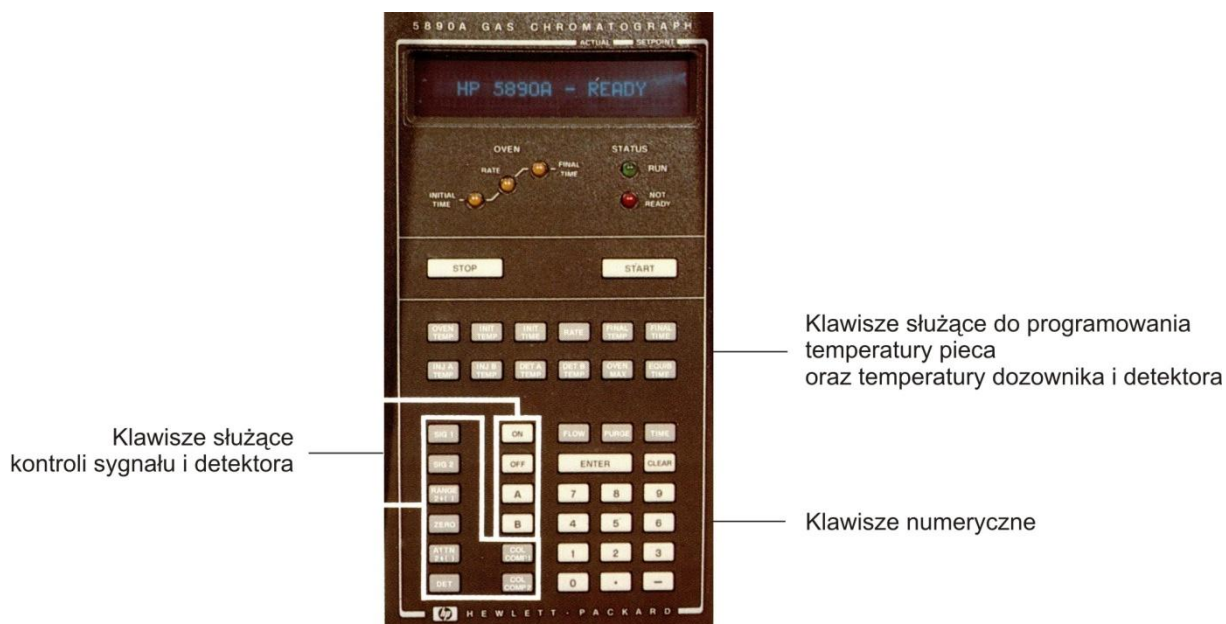
Rys. 1. Schemat chromatografu gazowego HP5890

Przepływ gazu nośnego przez kolumnę regulujemy za pomocą regulatora przepływu obserwując wskazania manometru (rys. 2). W przypadku zastosowanej w ćwiczeniu kolumny kapilarnej 0,530 mm średnicy i długości 30 m jest to **5 cm³/min** co odpowiada w przybliżeniu **5 jednostkom ciśnienia (psi)**.



Rys. 2. Panel regulacji przepływu gazu przez kolumnę

Programowanie temperatury pieca oraz dozownika i detektora



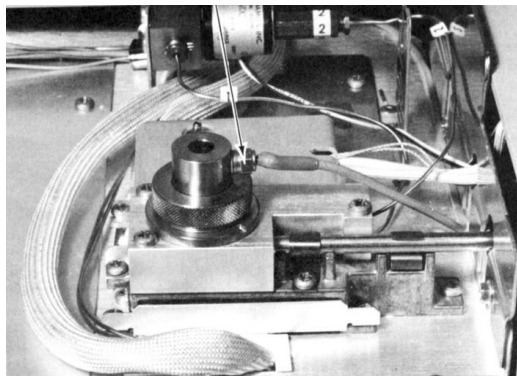
Rys. 3. Panel sterujący chromatografu HP 5890

Temperaturę panującą w termostacie ustawiamy na **40 °C (10 min) 15 °C/min 240 °C (1 min)** za pomocą klawisza [OVEN TEMP] i wpisując z klawiatury numerycznej **40** i potwierdzamy klawiszem [ENTER], następnie klawisz [INIT TEMP] i wartość **40**, klawisz [INIT TIME] i **10**, klawisz [RATE] **15**, klawisz [FINAL TEMP] i **240** oraz klawisz [FINAL TIME] i **1** za każdym razem wprowadzone wartości potwierdzamy klawiszem [ENTER].

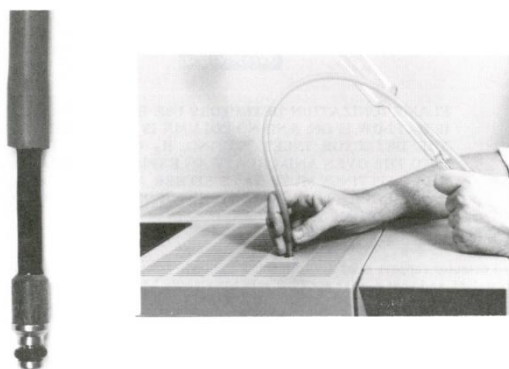
Korzystając z klawiszy [INJ A TEMP] ustawiamy jw. temperaturę dozownika na **150 °C** a za pomocą klawisza [DET B TEMP] temperaturę detektora FID na **250 °C**.

Detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID)

Przepływ gazu nośnego przez detektor FID (mieszczącego się na **torze B** aparatu) mierzymy podłączając fleometr do kominka detektora (rys. 4) za pomocą specjalnej końcówki (rys. 5). Pomiar prędkości przepływu gazu wykonujemy dwukrotnie mierząc czas przepływu bańki mydlanej przez objętość 10 ml (między dolną i górną kreską).

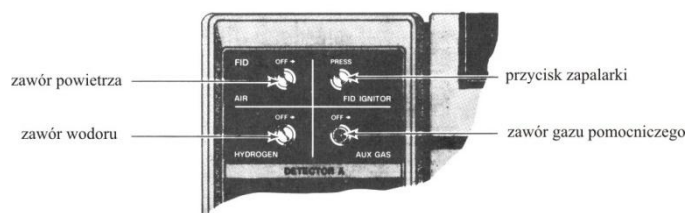


Rys. 4 Detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID).



Rys. 5 Pomiar przepływu gazów w przypadku detektora FID

Po ustabilizowaniu przepływu gazu nośnego przez kolumnę otwieramy zawory odpowiedzialne za przepływ powietrza i wodoru (rys.6). Regulacji wymienionych gazów dokonuje się na panelu znajdującym z boku aparatu po jego lewej stronie. Przepływ wodoru powinien wynosić 30 ml/min, a powietrza około 360 ml/min. Po wykonaniu pomiaru fleometr odłączyć.



Rys. 6 Panel z zaworami detektora FID

Następnie za pomocą przycisku odpalamy podane gazy do detektora FID. Pamiętajmy, aby na czas odpalania detektora FID wyjąć z kominka teflonową rurkę zabezpieczającą.

Włączyć zasilanie elektrometru klawiszem oznaczonym **[DET]** **[B]** i **[ON]**.

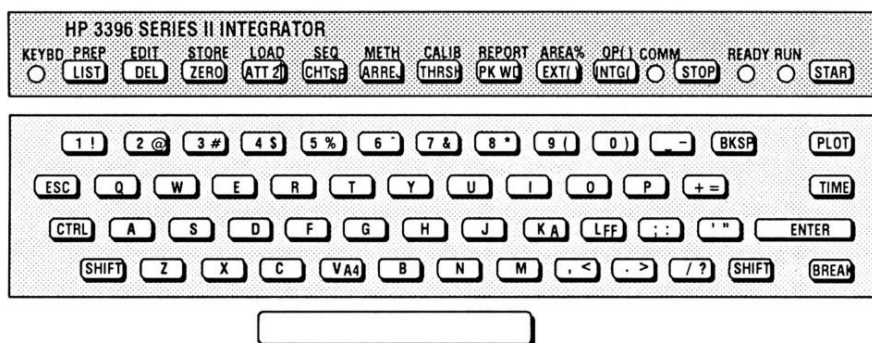
Włączenie integratora

Wyłącznik integratora znajduje się na tylnej ścianie z prawej strony, poniżej kabla zasilającego. Jest on oznaczony symbolem AC LINE. Po uruchomieniu integrator wykonuje test urządzenia - migają na przemian diody znajdujące się na klawiaturze.



Rys. 7. Wyłącznik zasilania integratora HP3396 znajdujący się na ścianie tylnej.

Klawiatura zastosowana w integratorze składa się z klawiszy funkcyjnych umieszczonych w górnej części oraz w dolnej części z klawiatury alfanumerycznej.



Rys. 8 Klawiatura sterująca integratora HP3396

Kiedy diody KEYBD oraz READY świecą się zielonym kolorem znaczy to, że integrator jest gotowy do pracy i można wprowadzić poniższe parametry.

- Ustawić szybkość przesuwu papieru na 0,5 cm/min, korzystając z komendy **[CHT SP] 0.5 [ENTER]**
- Ustawić zakres czułości rejestrowanego chromatogramu na 4, korzystając z komendy **[ATT2↑] 3 [ENTER]**
- Ustawić wartość powierzchni pików, które będą podlegać procesowi integracji na 1000 za pomocą komendy **[ARREJ] 1000 [ENTER]**
- Aby sprawdzić czy wprowadzone parametry zostały zaakceptowane przez integrator należy nacisnąć dwukrotnie przycisk **[LIST]**